

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **03054109 A**

(43) Date of publication of application: **08.03.91**

(51) Int. Cl.

C01B 31/08
B01J 20/20

(21) Application number: **01190298**

(71) Applicant: **NISSHINBO IND INC**

(22) Date of filing: **21.07.89**

(72) Inventor: **SAITO KAZUO**

(54) **ACTIVE CARBON AND PRODUCTION THEREOF**

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide an extremely readily handleable active carbon having excellent desorbing ability by forming the active carbon from a polycarbodiimide resin subjected to flameproofing with heat treatment and activation according to a conventional method.

CONSTITUTION: A raw material substance consisting

essentially of a polycarbodiimide resin is heat-treated at, e.g. 150-350°C, flameproofed and then activated by a conventional method to afford active carbon. The resultant active carbon has better adsorptivity than that of active carbon prepared by using other materials and the shape thereof is fibrous or filmy, etc. Thereby, the active carbon can be formed into a desired shape for use.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A) 平3-54109

⑫ Int. Cl.⁵

C 01 B 31/08
B 01 J 20/20

識別記号

A
A

庁内整理番号

6345-4G
6939-4G

⑬ 公開 平成3年(1991)3月8日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全4頁)

⑭ 発明の名称 活性炭及びその製造方法

⑮ 特 願 平1-190298

⑯ 出 願 平1(1989)7月21日

⑰ 発 明 者 齊 藤 一 夫 東京都足立区西新井栄町1-18-1 日清紡績株式会社東京研究センター内

⑱ 出 願 人 日 清 紡 績 株 式 会 社 東京都中央区日本橋横山町3番10号

⑲ 代 理 人 弁 理 士 小 林 雅 人

明 細 書

1 発明の名称

活性炭及びその製造方法

2 特許請求の範囲

1 主として、少なくとも熱処理による耐炭化と常法による賦活化とを施されたポリカルボジミド樹脂からなることを特徴とする活性炭。

2 熱処理による耐炭化は、150℃～350℃で行なわれた請求項1記載の活性炭。

3 ポリカルボジミド樹脂を主成分として含む原料体を熱処理することにより耐炭化した後、常法により賦活化することを特徴とする活性炭の製造方法。

4 ポリカルボジミド樹脂を主成分として含む原料体は、繊維状又はフィルム状のものである請求項3記載の活性炭の製造方法。

5 熱処理による耐炭化は、150℃～400℃で行なう請求項3記載の活性炭の製造方法。

3 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、活性炭及びその製造方法に関するものであり、更に詳しくは、優れた吸着能を有する活性炭及びその製造方法に関するものである。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする問題点〕

従来より活性炭は、その強い吸着性を利用して、水処理、溶剤回収、空気浄化、触媒架体等の用途に用いられており、その用途は現在でも大きく伸びつつある。

この活性炭は、通常、粉状或は粉状のものを粒状に形成した形状で利用されてきたが、この形状故に取扱い性の面で、又、用途によっては性能面でも、必ずしも満足すべきものではなく、更にその応用範囲も比較的限定されるという懸念のあることが指摘されていた。

一方、最近になってアクリル繊維を原料とした繊維状の活性炭が開発され、これまで利用できなかった分野への応用が期待されているが、未だこのような新しいタイプの活性炭はわずか

しか提供されていない。

本発明の発明者らは、このような現状に鑑みて鋭意研究した結果、従来の活性炭より優れた脱吸着能を有し、且つ、取扱も極めて容易な活性炭及びその製造方法に係る本発明に到達した。

【問題点を解決するための手段】

即ち、本発明は、主として、少なくとも熱処理による耐炭化と常法による賦活化とを施されたポリカルボジイミド樹脂からなることを特徴とする活性炭、及び、ポリカルボジイミド樹脂を主成分として含む原料体を熱処理することにより耐炭化した後、常法により賦活することを中心とする活性炭の製造方法に関するものである。

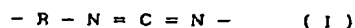
上記構成の本発明活性炭において、熱処理による耐炭化は、例えば150℃～400℃で行なわれる。又、上記構成の本発明活性炭の製造方法において、ポリカルボジイミド樹脂を主成分として含む原料体は、例えば繊維状又はフィ

ルム状のものであり、熱処理による耐炭化は、例えば150℃～400℃で行なわれる。

以下本発明について更に詳細に説明する。

本発明において使用されるポリカルボジイミド樹脂それ自体は、既知のもの或は既知のものと同様にして製造することができるものであって【米国特許第2,941,966号明細書：特公昭47-33297号公報；J. Org. Chem., 28, 2069-2075(1963)；Chemical Review, 1981, Vol. 81, No. 4, 619-621等参照】、例えば、有機ジイソシアネートの脱二酸化炭素を伴う縮合反応により容易に製造することができる。このポリカルボジイミド樹脂の製造に使用される有機ジイソシアネートは、脂肪系、脂環式系、芳香族系、芳香-脂肪族系等いずれのタイプのものであってもよく、これらは単独で用いても、又、2種以上組合せて用いて共重合体としてもよい。

而して、本発明の方法において使用されるポリカルボジイミド樹脂には式

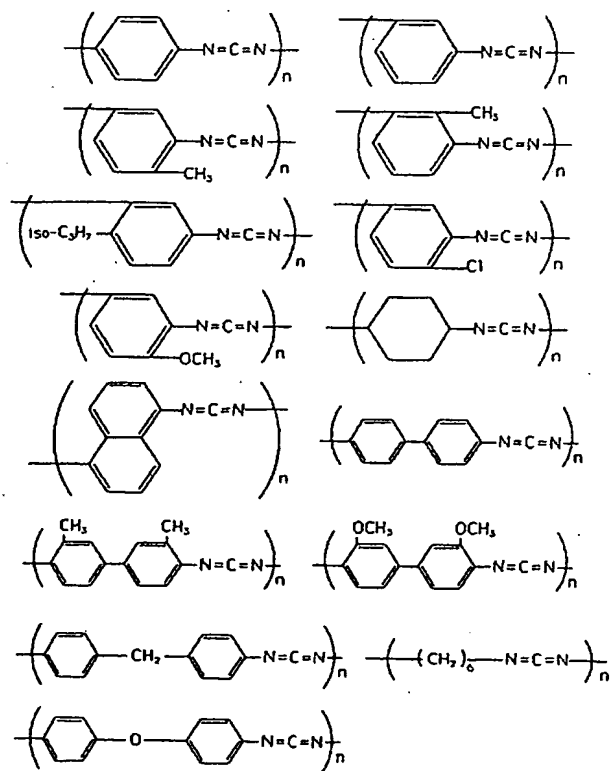


(式中、Rは有機ジイソシアネート残基を表わす)

で示される少なくとも1種の繰り返し単位からなる単独共重合体又は共重合体が包含される。

上記式(I)における有機ジイソシアネート残基Rとしては、数あるものの中でもとりわけ芳香族ジイソシアネート残基が好適である【ここで有機ジイソシアネート残基とは、有機ジイソシアネート分子から2つのイソシアネート基(NCO)を除いた残りの部分をいう】。このようなポリカルボジイミド樹脂の具体例としては次のものを挙げることができる。

(本頁以下余白)



上記各式において、重合度 n は 10-10,000 の範囲内、好ましくは 50-5,000 の範囲である。

尚、前記ポリカルドイミド樹脂の末端は、モノイソシアネート等を用いて封止されていてもよく、以上説明したポリカルドイミド樹脂は、溶液のままの状態、或は、溶液から沈殿させた粉末として得ることができる。

次に、このようにして得たポリカルドイミド樹脂を所望の形状に成形する。成形するには、ポリカルドイミド樹脂を重合終了後の溶液のまま、或は一旦粉末として得てから、溶媒に溶解した溶液とし、この溶液を、例えば平滑なガラス板上等にキャストした後、溶媒を除去する方法等を採用すればよい。この溶媒としては、テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、モノクロロベンゼン、ジクロロベンゼン、ジメチルホルムアミド、 N -メチル-2-ピロリドン、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルフォキシド等を使用することができる。

次に、このようにして耐炭化したフィルム状或は繊維状等の原料体を賦活するのであり、この賦活処理は、従来知られている方法のいずれかによればよく、例えば、上記耐炭化したフィルム状或は繊維状等の原料体を 700~1,000℃、好ましくは 800~900℃ の水蒸気中で加熱する方法を例として挙げることができる。この際、700℃以下の温度では十分に賦活化が進まず、又、1,000℃より高い温度では、得られた活性炭の強度が下がり好ましくない。尚、賦活時間は、一般に 10~200 分の範囲で決定すればよい。

次に本発明を実施例により説明する。

【実施例】

実施例 1

2,4-トリレンジイソシアネート/2,6-トリレンジイソシアネート(80/20)の混合物 54g を、テトラクロロエチレン 500ml 中で、カルボジイミド化触媒(1-フェニル-3-メチルホスホレンオキ

又、粉末の場合は、圧縮成形、ロール成形、射出成形、トランスアー成形等によってもよい。これらにより成形体として厚み 0.1mm~3mm 程度のものを容易に得ることができる。

本発明に用いられるポリカルボジイミド樹脂の原料体は、前述の方法によって得られるポリカルボジイミド樹脂を繊維化等することによって得られる。即ち、分子量一万乃至数十万のポリカルボジイミド樹脂を、従来既知の乾式法、湿式法によるか又は溶融紡糸することによって、例えば繊維状或はフィルム状とするのである。

かくして得られたポリカルボジイミド樹脂のフィルム状或は繊維状等の原料体を本発明の活性炭に変換するには、まず耐炭化処理を施す必要がある。この耐炭化処理は、フィルム状或は繊維状等の原料体を熱処理することにより行ない、この熱処理の温度は、好ましくは 150℃~400℃ であり、熱処理時間は、好ましくは 20 時間以内である。

サイド) 0.12g と共に 120℃ で 4 時間反応させ、ポリカルボジイミド溶液を得た。この溶液より乾式法により厚さ 50μm のポリカルボジイミドフィルムを作成した。次いで、このフィルムを空气中 250℃ で 5 時間耐炭化処理を行ない、次いで 800℃ の温度で 100 分間、水蒸気量を 20g/分の割合に供給して、炭素化賦活処理をした。得られた活性炭フィルムの比表面積は、1,000m²/g であった。

この活性炭フィルムについて、JIS K-1412 に準じてベンゼン吸着量を測定したところ、吸着量 50% と非常に良好であった。

実施例 2

実施例 1 で作成したポリカルボジイミド溶液を用いて、乾式紡糸により、ポリカルボジイミド繊維(直径 10μm)を作成した。この繊維を、実施例 1 と同様の方法で耐炭化及び賦活を行ない、活性炭繊維を作成した。

得られた活性炭繊維の比表面積は、1,020m²/g で、ベンゼンの吸着量は 55% と非常に良

好であった。

実施例 3

メチレンジフエニルジイソシアネート 150g を、テトラクロロエチレン 820ml 中で、カルボジイミド化触媒（1-フェニル-3-メチルホスホレンオキサイド）0.13g と共に、120℃で6時間反応させた。この溶液を室温に冷却することでポリカルボジイミドが沈殿した。この沈殿物を濾過し、100℃で2時間乾燥し、ポリカルボジイミド粉末を得た。この粉末を、プレス温度 100℃、プレス圧 80 Kg/cm² でプレス成形し、厚さ 50 μm のフィルムを得た。このフィルムから、実施例 1 と同様の条件で活性炭フィルムを作成した。

このフィルムの比表面積は 1,050 m²/g であった。又、ベンゼンの吸着量は 52% と良好であった。

実施例 4

実施例 3 で作成した、ポリカルボジイミド粉

(H. R) 1℃/分で 200℃まで加熱した後、200℃のまま 12 時間熱処理し、耐炭化処理を行なった。

次いで、実施例 1 と同様の方法で賦活化を行なった。

得られた活性炭フィルムの比表面積は 990 m²/g で、ベンゼンの吸着量は 49% と良好であった。

実施例 7

実施例 1 で作成したポリカルボジイミドフィルムを用いて、空気中で、150℃で3時間、200℃で3時間、250℃で3時間、300℃で30分間、360℃で10分間熱処理し、耐炭化処理を行なった。

次いで、実施例 1 と同様の方法で賦活化を行なった。

得られた活性炭フィルムの比表面積は 1,150 m²/g で、ベンゼンの吸着量は 52% と非常に良好であった。

〔発明の効果〕

末を用いて溶融紡糸を行ない、直径 10 μm のポリカルボジイミド繊維を得、更に、実施例 1 と同様の方法で活性炭繊維を得た。

この繊維の表面積 1,100 m²/g であった。又、ベンゼンの吸着量は 57% と良好であった。

実施例 5

実施例 1 で作成したポリカルボジイミドフィルムを用いて、空気中で、室温から昇温速度 (H. R) 1℃/分で 300℃まで加熱した後、300℃で30分間熱処理し、耐炭化処理を行なった。

次いで、実施例 1 と同様の方法で賦活化を行なった。

得られた活性炭フィルムの比表面積は、1,100 m²/g で、ベンゼンの吸着量は 51% と良好であった。

実施例 6

実施例 1 で作成したポリカルボジイミドフィルムを用いて、空気中で、室温から昇温速度

このようにして得られた本発明活性炭は、他の材料を用いて作成した活性炭に比較して優れた吸着能を有し、且つ、形状も繊維状或はフィルム状等と、所望の形状に成形して使用することができるという利点を有している。

特許出願人 日清紡績株式会社
代理人 弁理士 小林 雅人

